

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по определению микроколичеств
пестицидов в продуктах питания,
кормах и внешней среде

к. 16, р. II

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии
болезнями растений и сорняками

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

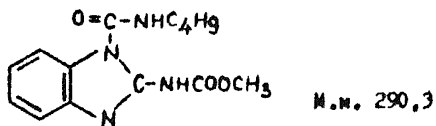
" 31 " 06 1984 г.

№ 3070-84

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИЙ ФУНДАЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика препарата

Фундазол



Метил-1-бутил-карбомойл-2-бензимидазолкарбамат

Синонимы и товарные названия пестицида - беномил, бенлат, бендэйт, узген, алгин, хинюки фундазол 50 ПП.

Химически чистый препарат - белый кристаллический порошок со слабым запахом, не летуч. Температура плавления 290°C с разложением. Нерастворим в воде, растворим в метаноле, этаноле, хлороформе и этилацетате. В кислотах и щелочах гидролизуются до фунгицидоактивного метаболита БМК (2-метил-бензимидазолкарбамат).

Фундазол применяют как системный фунгицид в виде 0,1%-ной водной суспензии по д.в. В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

Предельно допустимая концентрация фундазола в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м³.

2. Методика определения фундазола в воздухе рабочей зоны

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на фотометрировании продукта взаимодействия фундазола с резорцином в солянокислой среде в видимой области спектра.

Отбор проб с концентрированием (фильтр "синяя лента").

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел измерения 2,5 мкг в 4 мл фотометрируемой пробы.

Предел обнаружения в воздухе 0,05 мг/м³ при отборе 62,5 л.

Диапазон измеряемых концентраций 0,05–2,0 мг/м³.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm 22,3\%$.

2.1.3. Избирательность метода

Определение не мешает наполнитель технического препарата и соединения, не содержащие уреидную и уретановую функциональную группы.

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Фундазол технический, 50% действ. начала

Спирт этиловый, ГОСТ 18300-72, 5%-ный

Кислота соляная, ч, ГОСТ 3118-77, концентрированная, уд. вес 1,19 ; Резорцин, ч, ГОСТ 9970-74

Фильтры беззольные бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Реагент – 3%-ный раствор резорцина в конц. HCl

Стандартный раствор № 1, содержащий 100 мкг/мл фундазола готовят растворением навески 0,01 г 50%-ного препарата в этиловом спирте в мерной колбе на 50 мл.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 50 мкг/мл фундазола готовят соответствующим разбавлением раствора № 1 этиловым спиртом.

Стандартные растворы фундазола и раствор реагента используют свежеприготовленными.

2.3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Колба Эрленмейера вместимость 100 мл

Посуда лабораторная стеклянная, по ГОСТ 1770-74

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимость 1 и 5 мл с делением на 0,01 и 0,1 мл

Пробирки градуированные, ГОСТ 1770-74 на 15 мл с притертыми пробками

Термостат жидкостный с контактным термометром

Спектрофотометр

2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 10 л/мин протягивают через фильтр, помещенный в фильтрдержатель. Для определения I/2 ПДК следует отобрать 62,5 л воздуха. Срок хранения проб 1 месяц при комнатной температуре и отсутствии влаги.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Подготовка проб к анализу

Фильтр с пробой помещают в колбу Эрленмейера, приливают 5 мл этилового спирта и настаивают в течение 20–25 мин при закрытой пробке и периодическом встряхивании. По истечении указанного времени фильтр отжимают стеклянной палочкой и для анализа отбирают 4 мл экстракта в колориметрическую пробирку с притертой пробкой. К экстракту прибавляют 1 мл 3%-ного свежеприготовленного раствора резорцина в концентрированной соляной кислоте. Пробирку с анализируемым раствором термостатируют при 70°C в течение 40 минут так, чтобы верхняя часть пробирки служила воздушным холодильником. Далее пробирку охлаждают в проточной воде в течение 10–15 мин до комнатной температуры.

2.5.2. Фотометрирование

Пробу фотометрируют на спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 500 нм. Контролем (эталоном сравнения) служит "холостая" проба – экстракт из фильтра, не обработанного пестицидом, после взаимодействия с резорцином. Контроль готовят параллельно с обработкой пробы.

2.5.3. Обработка результатов анализа

Концентрация фундазола в анализируемом объеме определяют по предварительные построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице.

Таблица

Влаза стандартов

Компоненты смеси	Номер стандарта										
		I	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Стандартный раствор В I, мл	0	-	-	-	-	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	
Стандартный раствор В2, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,3	-	-	-	-	-	
Продляющая реagens (3%-ный раствор резорцина в конц. соляной кислоте)	Во все пробирки по I мл										
Этиловый спирт	4,0	3,95	3,90	3,80	3,70	3,40	3,30	3,20	3,10	3,00	
Содержание фундазола в мкг	0	2,5	5,0	10	15	60	70	80	90	100	

Шкалой стандартов можно пользоваться и для визуального определения. Шкалу готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами. Она устойчива в течение 2-х часов.

Концентрации фундазола в пробе воздуха в $\text{мг}/\text{м}^3$ (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_I}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество фундазола, найденное в фотометрируемом объеме пробы, мкг ;

V - объем пробы, взятый для фотометрирования, мл ;

V_I - общий объем пробы, мл ;

V_{20} - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, л .

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 10.10.81 г.

4. Разработчики

Детишвили Т.М., Зирашвили З.В. (НИИ гигиены труда и профзаболеваний МЗ СССР, г.Тбилиси)